

P5.08

Herstellen von Dispersionskolloiden durch Schmelzemulgieren von Lipiden

S. Gramdorf¹⁾ (E-Mail: s.gramdorf@lb.tu-berlin.de), A. Hentschel¹⁾, T. Kurz¹⁾¹⁾FG Lebensmittelverfahrenstechnik, TU Berlin, Arumerstraße 32, D-13353 Berlin

DOI: 10.1002/cite.200750219

Die auch als Solid Lipid Nanoparticles (SLN) bezeichneten Dispersionskolloide bestehen aus bei Raumtemperatur festen Lipiden. Die Herstellung erfolgt durch Schmelzemulgieren eines Lipides in eine wässrige Emulgatorlösung. Bei der anschließenden Abkühlung erstarren die Partikel in kristallinen Modifikationen [1]. Die erreichbare Partikelgröße ergibt sich dabei aus der Tröpfchengrößenverteilung der Schmelzemulsion.

Ziel war es, den Herstellungsprozess modellhaft mit der Theorie zur Herstellung von „Miniemulsionen“ [2] zu beschreiben. Bei bekannten Stoffwerten der beteiligten Phasen (Viskositäten, Grenzflächenspannung) und Berücksichtigung des Strömungsregimes, sollte das Energiedichtekonzept überprüft werden.

Aus flüssigen und festen Triacylglyceriden und Tween80-Lösungen wurden jeweils Emulsionen bzw. Suspensionen mit einem Hochdruckhomogenisator bei gleichen Prozessparametern hergestellt. Der Erstarrungsprozess wurde mit Differential Scanning Calorimetry (DSC) erfasst. Die gemessene Partikelgröße und Erfassung der Polydispersität erfolgte mit Photon Correlation Spectroscopy (PCS).

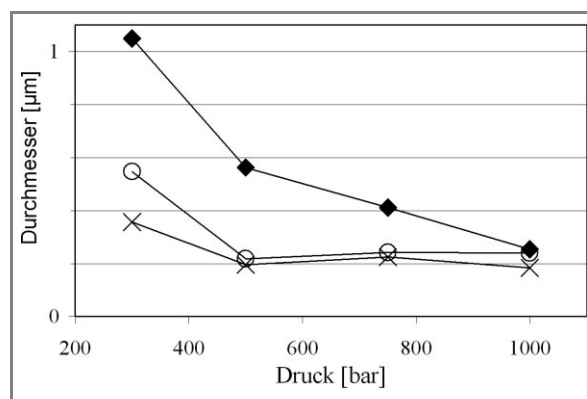


Abbildung. PCS z-average Durchmesser von Tripalmitin-suspensionen in Abhängigkeit des volumenspezifischen Energieeintrages (Homogenisierdruck) und Emulgierzeit.

Die Partikel erstarrten bei Abkühlung der Formulierung auf Raumtemperatur als feste Phase. Es konnte eine kritische Emulgierzeit festgestellt werden, die überschritten werden musste, um möglichst kleine Partikeldurchmesser mit enger Verteilung zu formulieren. Für das gegebene Stoffsystem wurden Partikeldurchmesser im Bereich von 200 nm gefunden. Die Erhöhung des volumenspezifischen Energieeintrages führte zu abnehmenden Partikeldurchmessern (s.

Abb.). Die für Emulsionen bekannten Prozessfunktionen sind auch auf das Schmelzemulgieren von Lipiden anwendbar.

- [1] H. Bunjes, F. Steiniger, E. Richter, *Langmuir* **2007**, 23, 4005.
- [2] H. P. Schuchmann, T. Danner, *Chem. Ing. Tech.* **2004**, 76 (4), 364.

P5.09

Die Magnetseparation in der Biotechnologie: Teilprojekt – Synthese kostengünstiger Mikrosorbentien

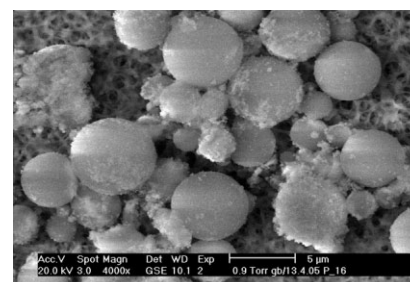
PD Dr.-Ing. M. Franzreb¹⁾ (E-Mail: matthias.franzreb@itc-wgt.fzk.de), Dipl.-Ing. M. Silvestre¹⁾, Dipl.-Ing. C. Eichholz²⁾, Dipl.-Ing. M. Stolarski²⁾, Prof. Dr.-Ing. H. Nirschl²⁾¹⁾Institut für Technische Chemie, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Hermann v. Helmholtz Platz 1, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen²⁾Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Universität Karlsruhe (TH), Straße am Forum 8, D-76131 Karlsruhe

DOI: 10.1002/cite.200750311

Die Entwicklung und Optimierung eines kostengünstigen Syntheseverfahrens für funktionelle, magnetische Mikrosorbentien ist ein Schlüsselaspekt für den zukünftigen Einsatz magnetischer Verfahren in der Biotechnologie. Ausgangspunkt ist dabei eine schnelle Suspensionspolymerisation von Vinylacetat unter Beimischung eines Ferro-

fluids [1]. Anschließend folgen beispielhafte Schritte zur Aktivierung und Funktionalisierung der Partikeloberfläche. Die Umsetzung des Verfahrens wurde im Grammaßstab demonstriert, wobei die komplette Synthese in-

Abbildung. SEM-Aufnahme magnetischer Polyvinylacetatpartikel.



klusive Funktionalisierung innerhalb eines Tages durchführbar ist. Voraussetzung hierfür ist der Einsatz magnetischer Fest/Flüssig-Trennverfahren bereits während der Synthese. Ausgehend von den Erfahrungen im Grammmaßstab werden die benötigte Apparatechnik und das Prozess-Schema für ein Scale-up der Produktion entsprechender

Mikrosorbentien diskutiert. Die Arbeit stellt einen Teilschritt der angestrebten Übertragung der selektiven Bioseparation mittels magnetischer Mikrosorbentien vom Milliliter- in den Labor- und später Pilotmaßstab dar. Dabei ist die Partikelsynthese eng verknüpft mit der Entwicklung der zugehörigen Trenntechnik, sodass, wie in dem vorliegen-

den Projekt, beide Aspekte in enger Zusammenarbeit optimiert werden müssen.

- [1] M. Franzreb, M. Siemann-Herzberg, T. J. Hobley, O. R. T. Thomas, *Appl. Microbiol. Biotechnol.* **2006**, 70, 505.

P5.10

Adhäsionskraftmessungen mit der Vibrationsmethode am Partikel-Wand-System

Dipl.-Wirtsch.-Ing. R. Weiler¹⁾ (E-Mail: weiler@mv.uni-kl.de), Prof. Dr.-Ing. S. Ripperger¹⁾

¹⁾Technische Universität Kaiserslautern/Lehrstuhl für Mechanische Verfahrenstechnik, Gottlieb-Daimler-Straße, D-67663 Kaiserslautern

DOI: 10.1002/cite.200750058

Die Handhabung von Pulvern mit Partikelgrößen kleiner als 100 µm wird aufgrund der vergleichsweise geringen Gewicht- und Trägheitskräfte maßgeblich durch die Partikelhaftung an Oberflächen und interpartikuläre Haftung beeinflusst.

Derartige Haftungsphänomene werden durch verschiedene Adhäsionsmechanismen hervorgerufen, deren Intensität unter anderem von der Topographie und der chemischen Beschaffenheit der Kontaktflächen, den Umgebungsbedingungen wie relative Luftfeuchte und Temperatur sowie der Beanspruchung der Haftpartner beim

Kontakt abhängt. Die Messung von Adhäsionskräften zwischen Einzelpartikeln und Substrat ermöglicht eine mikroskopische Untersuchung von Haftungsphänomenen und liefert grundlegende Erkenntnisse für eine makroskopische Betrachtung der Haftung von Partikelverbänden, welche die Optimierung verfahrenstechnischer Prozesse gestatten.

Das vorgestellte praxisnahe Messprinzip der Vibrationsmethode basiert auf der Ablösung eines Partikels aufgrund von Trägheitskräften von einem sinusförmig schwingenden Substrat. Die dabei auftretenden hochfrequenten, alternierenden Ablöse- und Anpresskräfte

finden ihre praktische Entsprechung in den dynamischen Beanspruchungen, welche in vielen verfahrenstechnischen Prozessen auf Partikel ausgeübt werden.

Neben der Beschreibung der Versuchsanlage erfolgt die Erläuterung der Prinzipien der genannten Messmethoden. Es werden Ergebnisse präsentiert, bei denen verschiedene Einflussfaktoren auf die Haftung zwischen Einzelpartikeln und Substrat wie z. B. die relative Luftfeuchtigkeit in Kombination mit den mechanischen Eigenschaften der Haftpartner unter praxisrelevanten Bedingungen untersucht wurden.

P5.11

Produktdesign durch membrangestützte Antisolvent-Kristallisation

Dipl.-Ing. D. Weckesser¹⁾, Prof. Dr. A. König¹⁾ (E-Mail: axel.koenig@cbi.uni-erlangen.de)

¹⁾Lehrstuhl für Thermische Verfahrenstechnik, Universität Erlangen-Nürnberg, Egerlandstraße 3, D-91058 Erlangen

DOI: 10.1002/cite.200750228

Bei der technisch etablierten Verfahrenslösung der Kristallisation zur Stofftrennung und Feinreinigung kommt es an der Grenzfläche, an der die Übersättigung erzeugt wird, zu lokal sehr ungleichmäßig verteilten Triebkraftgradienten. Dies führt zu unerwünschten Auswirkungen auf die Produktqualität wie z. B. gestörter Kristallstruktur und hoher Verunreinigungsbelastung. Die membrangestützte Antisolvent-Kristallisation liefert einen Ansatzpunkt zur Vermeidung dieser Übersättigungsproble-

zen, indem die Übersättigung als Triebkraft für die Kristallisation über die gesamte Membranfläche gleichmäßig verteilt eingestellt und konstant gehalten wird.

In der vorliegenden Arbeit wird das Modellsystem NaCl/KCl/Wasser/Ethanol vorgestellt. NaCl wird selektiv kristallisiert, KCl wirkt als Verunreinigungs-komponente zur Kontrolle von Lösungseinschlüssen im NaCl-Kristall.

Mittels mikroporöser Polypropylen-Membranen wird das Antisolvent Ethan-

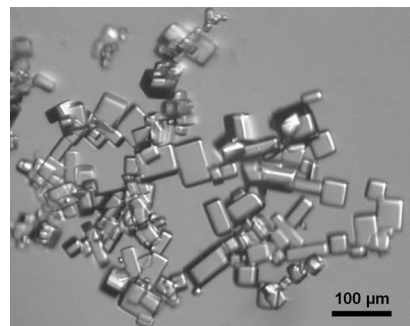


Abbildung. Mit membrangestützter Antisolvent-Kristallisation hergestellte NaCl-Kristalle.